

S1/3,DS,BA/ALL

1/3,DS,BA/1

IALOG(R)File 352:DERWENT WPI

c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

07809767

PI Acc No: 1989-074879/198910

RAM Acc No: C89-033611

RPX Acc No: N89-056972

Crushing pulp into fine powder at low temp. and water content - by  
immersing in low temp. liquefied gas to freeze it and crushing it (J5  
20.1.82)

Patent Assignee: KOHJIN CO LTD (KOJK )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 89007828	B	19890210	JP 8084648	A	19800624	198910 B
JP 57011290	A	19820120				198910

Priority Applications (No Type Date): JP 8084648 A 19800624

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 89007828	B	3		

Abstract (Basic): JP 89007828 B

Crushing pulp into fine powder at low temp. and low water content  
comprises immersing the pulp in a low-temp. liquefied gas to freeze it  
and crushing the pulp at 0 deg.C or less.

USE - For fillers for rubbers and plastics. (J57011290-A).

0/0

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公告

⑫ 特 許 公 報 (B 2)

昭64-7828

⑪ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公告 昭和64年(1989)2月10日

B 02 C 19/18

A-6703-4D

D 21 B 1/06

Z-6703-4D

8418-4L

発明の数 1 (全3頁)

⑬ 発明の名称 バルブの低温微粉碎方法

⑮ 特 願 昭55-84648

⑯ 公 開 昭57-11290

⑰ 出 願 昭55(1980)6月24日

⑱ 昭57(1982)1月20日

⑲ 発 明 者 四 宮 武 富山県富山市下赤江2丁目9番地の2  
 ⑲ 発 明 者 桑 田 義 彦 富山県富山市下新北町1丁目5番地の3  
 ⑲ 発 明 者 綿 森 宣 行 東京都板橋区蓮沼町18番地の14  
 ⑳ 出 願 人 株 式 会 社 興 人 東京都港区新橋一丁目1番1号  
 審 査 官 安 達 和 子

㉑ 参 考 文 献 特開 昭54-153169 (JP, A) 特公 昭47-24387 (JP, B1)  
 特公 昭44-5819 (JP, B1)

1

# ⑲ 特許請求の範囲

1 バルブを水分0～2%の事実上無水状態とし、更に低温液化ガス中に浸漬して脆性を増す低い温度に一旦冷却して凍結した後、0℃以下で低温粉碎することにより、充分に充填した時のコンパクト見掛密度(D)が0.30 g/cm<sup>3</sup>以上でありかつ350メツシュバス分が70%以上である微粉碎バルブを得ることを特徴とするバルブの低温かつ低水分での微粉碎方法。

## 発明の詳細な説明

本発明はバルブを低温かつ低水分で微粉化する方法に関するものである。従来、バルブのようなセルロース系繊維状物質を微粉化するには通常の機械的粉碎手段のみでは莫大なエネルギーを要し、しかもバルブ繊維の柔軟な弾性による粉碎作用に対する抵抗のため、見掛密度及び粒度の点で錠剤成形用添加剤、ゴム・プラスチック配合用充填剤、食品分散ゲル化剤、クロマトグラフ用吸着剤、濾過助剤、感圧紙用配合剤、溶接棒用付形剤等の用途に適した微粉末を得ることは出来なかつた。

すなわち、衝撃式粉碎機や噴流式粉碎機による粉碎のみでは粉碎操作を数度繰返し行つても見掛密度がきわめて低く、かつ200メツシュ残留分50%以上といった粉末しか得られなかつた。更に長時間でのバルブの粉碎は生産性が悪く、しかも

2

粉碎装置の摩耗による不純物の混入を起すといった欠点を有していた。

そのため、バルブの機械的粉碎効果を増加させ、容易に目的とする粉末を得るために、機械的粉碎に先立つてバルブに酸加水分解或いは酸化などの化学的処理を施すか、高エネルギーの放射線を照射するかして、或る程度セルロース分子を解重合せしめると同時にバルブ繊維組織を脆弱化せしめておくといった方法が種々検討されて来た。

10 しかしこれらの前処理は微粉製造工程自身を複雑にするばかりでなく、化学的処理にあつてはバルブへの薬剤の残留や排水処理の問題があり、放射線を利用する場合には照射による汚染物質の生成などの問題があつていづれも工業化に当つて好ましくない。

15 一方、高分子材料がある温度以下においてガラス状に脆化する性質に着目し、この脆化温度以下において粉碎する処理方法が液体窒素、ドライアイス等の低温寒剤の工業的供給とこれらを利用した冷間粉碎機の開発と相まつて近年脚光を浴び、特にポリエチレン、ゴムタイヤ等の粉碎に実用化されている。

25 しかしながら、バルブについては単に冷凍粉碎を行つてもセルロース自身が脆化し難いことと繊維状物質特有の柔軟性によつて効率的な工業的粉碎は行われず、コンパクト見掛密度(D)0.20～0.50

g/cm<sup>3</sup>でありかつ350メツシュバス分が60%以上と云つた微粉砕物を得るのは困難であつた。

本発明者らは先に(特願昭54-3977号)パルプの微粉砕化の方法の1つとしてシート状などに製品化されたパルプ或いはパルプ製造工程中のスラ

リー状パルプを原料として何等の化学的処理を行わずにこれらを見掛密度0.25~1.2 g/cm<sup>3</sup>に調整した後、低温液化ガス中に浸漬し、脆性を増す低い温度に一旦冷却して凍結したのち0℃~-90℃で低温粉砕するといった簡単なプロセスで、充分

に充填した時のコンパクト見掛密度(D)0.20~0.50 g/cm<sup>3</sup>でかつ350メツシュバス分が60%以上といった微粉末パルプを得る微粉砕化方法を提案しているが、更に経済性および用途にかなつた粉砕化度の両面より種々検討し鋭意努力の結果、何等化学的処理することなく、より微粉化されたパルプが得られる粉砕方法を見いだしたものである。

即ち、本発明はパルプを水分0~2%の事実上無水状態とし、更に低温液化ガス中に浸漬して脆性を増す低い温度に一旦冷却して凍結した後、0℃以下で低温粉砕することにより、充分に充填した時のコンパクト見掛密度(D)が0.30 g/cm<sup>3</sup>以上でありかつ350メツシュバス分が70%以上である微粉砕パルプを得ることを特徴とするパルプの低温かつ低水分での微粉砕方法に関する。

本発明お被粉砕原料パルプとしては広葉樹、針葉樹等の木材を亜硫酸法、硫酸塩法等の蒸解法によつてパルプ化し、要すればさらに精撰漂白してリグニン、樹脂分の大部分を除いたものが一般に使用可能である。

本発明においてパルプを乾燥する方法は、原料パルプがシートパルプの場合には該シートを一辺ないし直径2mm~20mmに角切り、まる切り、三角切り、矩形切り等任意の形に打抜き、またはカッター粉砕機(或いは粗砕機)等により面積1~400mm<sup>2</sup>の大きさの切片とし加熱乾燥機(70~150℃)或いは真空乾燥機によりパルプ中の水分を0~2%に調整する。

加熱乾燥機の場合温度が70℃より低いと平衡水分のため所定の水分量まで低下しないし、また温度が150℃を超えると炭化のような劣化現象が起り本発明の目的を達するに不適當である。

真空乾燥機の場合、温度は凍結乾燥の条件のよ

うな低温から通常有機物を真空乾燥する温度範囲と巾広い温度範囲が選ばれる。真空度や乾燥能力にもよるがセルロース分を分解させるような高温では炭化のような劣化現象がおこり不適當である。また、乾燥後パルプ中の水分を0~2%内に維持したままで打抜きや切片化する配慮がなされたり、シートパルプを水分0~2%以内に維持したまま粗砕する配慮がなされる場合には乾燥工程が先であつてもさしつかえない。

原料パルプがパルプ工程中のパルプスラリーを圧搾或いは遠心脱水等で脱水或いは成型したものの場合はこのままシートパルプ切片同様に加熱乾燥ないし真空乾燥によりパルプ中の水分を0~2%に調整する。乾燥後の水分含量は2%以下でなければならぬのは、水分含量が2%を超えるとパルプを低温液化ガス中に浸漬してもパルプ内部まで充分に脆弱化されず、またパルプの弾性も充分に低減されないため、本発明の目的とする充分に充填した時のコンパクト見掛密度(D)が0.30 g/cm<sup>3</sup>以上でかつ350メツシュバス分70%以上の条件のうち粒度分布の点で不満足となる。

低温粉砕用の冷媒としてはパルプ繊維が脆性を増す低い温度に下げることができ、かつ取扱上の安全性、浸漬において不活性なものであれば良

く、例えば液体窒素等が選ばれる。

かかる冷媒にて冷却されたパルプを粉砕するに際しては、粉砕機内の雰囲気温度は0℃以下に維持する必要がある。0℃を超えると粉砕度が落ちるので好ましくない。

本発明を実施するための具体的な冷凍粉砕機としては、公知の冷却装置を備えた粉砕機、例えば冷却装置を備えた剪断式粉砕機、衝撃粉砕機、噴流式粉砕機等でよい。また、衝撃に加うるに自由に流動する懸垂体の形で摩砕するタービン式粉砕機の場合、懸垂温度が局部的に過度に高まらずまた、粉砕中の雰囲気が必要なら不活性ガスや湿度を調節した雰囲気に維持しやすい点非常に有利であるが、他の装置の場合にも必要に応じ、粉砕中の不活性ガス雰囲気化、粉砕後の調湿等適宜必要な処置をとることにより容易に実施出来る。

また、乾燥後のパルプが大気中の水分を吸収して平衡水分に移行するのを防ぐため、乾燥機と粉砕機を連動させ乾燥後速やかに粉砕するか或いは、不活性ガスないし調湿密閉系で乾燥後のパル

ブを取扱うのがよい。

粉碎後のバルブは微粉末でかつ事実上絶乾状態なので爆発等の危険をさけるため粉碎後は水分のスプレー等によりすみやかに通常安定状態に調整することが望ましい。

以上の留意点は装置の上では何ら困難なく解決されるもので本発明の実施を限定するものではない。

以上、本発明は従来法の化学的処理法や放射線処理法と比べ全体的工程の簡略化と定量的収率を達成しさらに粉碎後のバルブに何ら汚染物質を残さない安全性の高い微粉碎バルブを得る点できわめて経済的な方法を与えるものである。

以下に本発明の実施例を示すが、これらは本発明を限定するものではない。

実施例 1、比較例 1～3

シートバルブを 1 cm × 1 cm に切断したもの（水分 7.5%）をそのまま、或は熱風乾燥機で 120°C 3 分間乾燥処理し水分 1.1% としたものを、更に、  
5 そのまま、或は体液窒素に浸漬し脆性を増す温度に一旦に冷却して凍結した後、出口制御温度 0°C に保った冷凍粉碎機で粉碎した。

得られた粉碎物の特性は表 1 のとおりのものであり、乾燥処理及び凍結処理により著しく粉碎  
10 の程度が向上することが明らかである。

なお、本明細書中で記載のコンパクト見掛密度 (D) とは 110°C 恒温槽で充分乾燥後のバルブ粉末 10.0 g をメスシリンダーに入れ最密充填状態に達するまでタッピングを行つたときの密度をいう。

表

1

	乾燥 処理	凍結 処理	得られた微粉碎物					
			コンパクト 見掛密度 g/cm <sup>3</sup>	粒度分布(メッシュ；重量%)				
				～50	50～100	100～200	200～350	350～
比較例 1	有	無	0.276	0.1	0.7	17.7	19.7	61.8
実施例 1	有	有	0.332	0.1	0.4	8.8	14.4	76.3
比較例 2	無	無	0.268	0.2	17.9	21.0	13.2	47.7
比較例 3	無	有	0.283	0.1	3.3	21.3	10.2	65.1